أساسيات الكيمياء التحليلية

عمليات التحليل الكيميائي

الجدارة:

أن يكون الطالب قادرا على تعريف التحليل الكيميائي و أقسامه، و كذلك وصف عمليات التحليل الكيميائي.

الأهداف:

عندما تكتمل هذه الوحدة يكون لديك القدرة على:

١. تعريف التحليل الكيميائي و تقسيمه إلى أنواعه.

٢. و صف كل خطوة من عمليات التحليل الكمي الكيميائي.

الوقت المتوقع:

٥ ساعات.

متطلبات الجدارة:

معرفة ما سبق دراسته في "جميع الحقائب السابقة".

عمليات التحليل الكيميائي

١. مقدمة :

تشمل هذه الوحدة مدخلاً للتحليل الكيميائي يستطيع الطالب من خلالها (١) تعريف التحليل الكيميائي و تفرعاته ، (٢) وصف عمليات التحليل الكمي الكيميائي و تطبيق خطواتها المتعددة في تحليل المادة كميا و هي: تحديد المشكلة ، أخذ العينة ، تحضير العينة ، فصل المتداخلات ، القياسات والحسابات و محتوى التقارير.

٢. التحليل الكيميائي و أنواعه :

يمكن تقسيم التحليل الكيميائي إلى نوعين أساسيين هما التحليل النوعي و التحليل الكمي.

٢ ـ ١ التحليل النوعي Qualitative Analysis:

الغرض من التحليل النوعي Qualitative analysis هو الكشف عن أي مادة (عناصر كيميائية ، أملاح بسيطة أو خليط من عدة مواد) في العينة المحللة. و ينقسم هذا النوع من التحليل إلى فرعين رئيسين:

١. التحليل النوعي للمركبات غير العضوية: في هذا النوع يُكشف عن وجود أو عدم وجود كاتيونات أو آنيونات لأملاح بسيطة أو خليط من الأملاح (مثلا في سبيكة أو مركب كيميائي). و يعتمد هذا النوع من التحليل على التفاعل الكيميائي و كذلك على اختبارات اللهب.
٢. تحليل المركبات العضوية: هنا يتم الكشف عن الكربون و الهاليدات و الكبريت والنيتروجين ، ... الخ. كما يهدف إلى التعرف على الجزيئات أو المركبات العضوية الموجودة في العينة.

٢ ـ ٢ التحليل الكمي Quantitative Analysis:

يختص التحليل الكمي Quantitative analysis بتقدير نسبة المادة المراد تقديرها في العينة ، و ينقسم إلى نوعين: التحليل الكمي الكيميائي Quantitative chemical analysis و التحليل الكمي الآلي Quantitative instrumental analysis.

٢ ـ ٢ ـ ١ التحليل الكمي الكيميائي Quantitative Chemical Analysis:

يعتمد هذا النوع من التحليل على التفاعل الكيميائي التالي:

$$Y + X \rightarrow P$$

حيث Y هي المادة المعلومة التركيز و المسماة بالكاشف Reagent ، X هي المادة المجهولة التركيز والمراد تقديرها ، و P النواتج.

- فإذا تم تقدير تركيز X مستخدما حجم الكاشف (عند نقطة النهاية) و تركيزه و حجم المجهول فنسمي هذا النوع من التحاليل بالتحليل الحجمي Volumetric analysis.
- و إذا كانت دالة التحليل هي الوزن أي يتم تقدير نسبة X في الصيغة الموزونة للناتج P ، فإننا نكون في مجال التحليل الوزني Gravimetric.

و يلاحظ أن التحليل الكمي الكيميائي يعتمد على أدوات بسيطة مثل السحاحة و الميزان الحساس و بالتالي لا يعتمد على أجهزة معقدة. و تسمى طرق التحليل الكمي الكيميائي بالطرق التقليدية أو الكلاسيكية.

٢ ـ ٢ ـ ٢ التحليل الكمي الآلي Quantitative Instrumental Analysis:

يعتمد هذا النوع من التحليل على الصفات الطبيعية Physical Properties للمادة (مثل الامتصاص و الانبعاث) بحيث غالبا ما لا يستخدم أي تفاعل كيميائي. على سبيل المثال: تقدير الرصاص في الماء عن طريق الامتصاص الذري للطيف Atomic Absorption Spectrometry .

أحيانا تستعمل الطرق الطبيعية الكيميائية Physico-chemical Methods، مثل تقدير الكروم الموجود على شكل Cr^{3+} في كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4 و ذلك بأكسدة هذا الأخير إلى أيون الكرومات CrO_4^{2-}.

و بعكس الطرق التقليدية، يعتمد التحليل الكمي الآلي على أجهزة أكثر تعقيدا بهدف تقدير الصفات الطبيعية للمادة المراد تقديرها بدقة و حساسية عالية ، و تظهر قدرة هذه الطرق في تقدير المواد ذات تراكيز صغيرة جدا.

٣. عمليات التحليل الكيميائي:

تحتوي عمليات التحليل الكمي على خطوات و عمليات متعددة يمكن ترتيبها كالآتي:

١. تحديد المشكلة.
٢. أخذ العينة.
٣. تحضير العينة.
٤. فصل المتداخلات.
٥. القياسات.
٦. الحسابات و التقارير.

٣ـ١ تحديد المشكلة Defining the problem:

عند تحديد المشكلة في التحليل الكمي يجب على المحلل الكيميائي أن يجيب على متطلبات كل خطوة من الخطوات التالية:

١. قبل تصميم عملية التحليل، يجب على المحلل معرفة نوع العينة و المعلومات المطلوبة منه.
٢. طريقة التحليل ستعتمد على المعلومات المطلوبة من المحلل:
   أ. طريقة أخذ العينة.
   ب. وزن العينة.
   ج. دقة طريقة التحليل.
   د. مصداقية طريقة التحليل.

٣. بعد التعرف على متطلبات التحليل، طريقة التحليل ستعتمد على عدة عوامل:
   أ. خبرة المحلل.
   ب. الأجهزة المتوفرة.
   ج. الدقة و المصداقية المطلوبة.
   د. الميزانية المتوفرة.
   هـ . مدة التحليل المتوفرة.

٣ـ٢ أخذ العينة Sampling:

العينة المطلوبة هي العينة المعبرة التي تمثل تمام التمثيل لنفس مكونات الكمية الكلية Bulk Material. و يكون الحصول على مثل هذه العينة سهلا بالنسبة إلى المواد المتجانسة Homogeneous

كالماء و النفط و الهواء و الدم و تزداد الصعوبة كلما قل التجانس Heterogeneous للكمية الكلية (صخور، تربة...).

و سنتطرق هنا إلى طرق أخذ عينات الماء و التربة.

٣ـ٢ـ١ أخذ عينات الماء Water sampling:

نوع العبوة المستخدمة لجمع عينات الماء يختلف حسب طبيعة المادة المراد تقديرها.

- لتقدير المكونات العضوية (مثل الدهون ، الزيوت ، المذيبات، ...): تؤخذ العينة في عبوة من الزجاج المقوي (مثل البيريكس Pyrex) تم وضعها في فرن حرق عند درجة 450 درجة مئوية قبل عملية أخذ العينة بـ 24 ساعة.
- لتقدير المكونات غير العضوية تؤخذ العينة في عبوة من البوليمر مثل PTFE polytetrafluoroethylene.

و يجب ترشيح العينة أثناء أو مباشرة بعد أخذها و ذلك لمنع امتصاص العناصر المذابة من قبل المواد المعلقة (أقل من 45 ميكرون) كما يجب حفظ العينة في حالة عدم تحليلها فورا كما يلي:

ـ تحفظ العينة عند درجة حرارة 4 درجة مئوية لمنع التبخر أو التحلل البيولوجي Biodegradation. للمكونات المراد تحليلها.

ـ في حالة تحليل الكاتيونات ، يضاف حمض النيتريك النقي مباشرة بعد عملية الترشيح حتى يصبح الأس الهيدروجيني يساوي (pH = 2) و ذلك لمنع ترسب الكاتيونات على جدران العبوة.

٣ـ٢ـ٢ أخذ عينات التربة Soil sampling:

لجمع عينات من التربة تستخدم البريمة حتى عمق المحراث (30 سم تقريباً) و أقل عمق (10 سم) وللعديد من الأغراض يتم جمع عينة مكونه من (1 ـ 2 كجم) كأقل كمية مطلوبة بحيث تكون كافية لتوفير نصف كيلوجرام كعينة جافة. ويجب حفظ العينات في أكياس من البولي إثيلين Polyethylene قبل أخذها للمختبر للتجفيف والمعالجة.

٣ـ٣ تحضير العينة Sample preparation:

١. التجفيف Drying و الوزن Weighing: يتم التجفيف في فرن تجفيف عند درجة 100 إلى 110 درجة مئوية لمدة 1ـ 2 ساعة و مباشرة بعد ذلك تترك العينة لكي تبرد في مجفِّف Desiccator. توزن العينة المجففة بدقة مستخدما ميزاناً حساساً.

٢. حرق العينة Sample ashing:

في حالة تقدير مكونات غير عضوية في المواد العضوية (عينة عضوية) ، يتم التخلص من المكونات العضوية (غير المرغوب فيها) بطريقتين:

ـ التجفيف الجاف Dry ashing: هنا تحرق العينة عند درجة حرارة تتراوح بين 400 و 700 درجة مئوية لمدة 24 ساعة.

ـ التجفيف الرطب Wet ashing: هنا تحرق العينة بتسخينها في أحماض مؤكسدة مثل حمض النيتريك Nitric acid ، حمض الكبريتيك Sulfuric ، حمض البيروكلوريك ، أو خليط من الأحماض.

٣. إذابة العينة Sample dissolution:

- استخدام المذيب المناسب بشكل مباشر: من أهم المذيبات الماء الذي يُذيبُ مركبات غير عضوية كثيرة إلى جانب عدد كبير من المركبات العضوية. فإن لم تذب العينة في الماء و كانت مركبة من مادة عضوية فنجرب المذيبات العضوية مثل الكحولات و الكيتونات. و إذا كانت المواد المكونة للعينة غير عضوية فنستخدم الأحماض المعدنية بشكل انفرادي أو على شكل خليط مثل الماء الملكي Aqua Regia (HCl-HNO3; 1:3).
- الصهر مع مركبات كيميائية ثم الإذابة في المذيب المناسب: و عند فشل جميع المحاولات الممكنة لإذابة العينة الغير عضوية، تصهر العينة مع المركب في فرن حرق عند درجات حرارة عالية. إذا كانت المواد الغير عضوية ذات طبيعة قاعدية يستخدم مثلا بيروكبريتات البوتاسيوم $K_2S_2O_5$. أما إذا كانت المواد غير العضوية ذات طبيعة حامضية يستخدم مثلا كربونات الصوديوم Na_2CO_3 . و في حالة كون المواد الغير عضوية صعبة الذوبان يستعمل مثلا فوق أكسيد الصوديوم Na_2O_2 . و أخيرا تذوب نواتج عملية الصهر بعد تبريده في محلول مائي أو محلول حمضي مخفف.

٣ ـ ٤ فصل المتداخلات Eliminating interferences:

يشمل المتداخل أي مادة غريبة يمكن أن تمنع التقدير الصحيح للمادة المراد تقديرها. المتداخلات تؤدي إلى خطأ في النتائج فيجب التخلص منها و يمكن تعريف عملية فصل المتداخلات بأنه فصل المكونات التي تتداخل مع المادة المراد تقديرها و تستخدم عدة طرق لفصلها:

١. ترسيب المتداخل أو المكون المطلوب ترسيبا كميا بواسطة كاشف كيميائي أو بطريقة الترسيب الكهربائي Electrodeposition.
٢. طرق الفصل الكروماتوجرافية Chromatography مثل التبادل الأيوني Ion Exchange أو بطرق الاستخلاص Extraction.
٣. الحجب الكيميائي Masking.

٣ـ٥ القياسات Measurements:

اختيار طريقة التحليل يعتمد على خبرة المحلل الكيميائي و هناك عدة عوامل أخرى تؤثر على اختيار طريقة القياس:

١. السرعة.
٢. الدقة و المصداقية.
٣. سهولة الطريقة.
٤. عدد العينات: فإذا كان عدد العينات المطلوب تحليلها كبيراً فإننا نضطر لاستخدام طرق آلية Automatic methods.

٣ـ٦ الحسابات و التقارير Calculations and reporting data:

بعد الانتهاء من القياسات للمادة المراد تقديرها Analyte ، تحسب نسبة هذه المادة في العينة ويمكن التعبير عن نسبتها بطريقة مطلقة Absolute method أو بطريقة نسبية Relative method. تعتبر الطريقة النسبية هي الأكثر استخداما مثل النسبة المئوية percent أو الجزء في المليون Parts per million.

في حالة استخدام تحاليل مزدوجة (ثلاثة أو أكثر) Replicate analyses يجب توضيح الدقة في التقرير مثلا على شكل انحراف معياري Standard deviation مع المعدل Mean. و أهمية الدقة تكمن في إعطاء نسبة الخطأ في نتائج المحلل و على المحلل أن يُقيّم نتائجه و يقرر هل الخطأ راجع لسبب عشوائي Random error أو خطأ منتظم Determinate error.

امتحان ذاتي

أجب على الأسئلة التالية ثم تأكد من صحة إجابتك بالنظر للحل النموذجي.

١. فرق بين الحرق الجاف و الحرق الرطب.
٢. فرق بين التحليل النوعي و التحليل الكمي.
٣. اشرح طريقة أخذ عينة من الماء.
٤. ما هو الهدف من استخدام تحاليل مزدوجة.
٥. اذكر العوامل التي تؤثر على اختيار طريقة القياس.
٦. اذكر مكونات الماء الملكي و نسبة كل واحد منها.

إجابة الامتحان الذاتي

١. تحرق العينة في حالة تقدير عناصر غير عضوية في مادة عضوية و يمكن التخلص من المواد العضوية بحرقها في فرن حرق (الحرق الجاف) أو تسخينها في أحماض مؤكسدة (الحرق الرطب).

٢. الهدف من التحليل النوعي هو معرفة مكونات العينة أما التحليل الكمي فيستخدم لتقدير نسبة هذه المكونات.

٣. طريقة أخذ عينة من الماء:

- تقدير المكونات العضوية (مثل الدهون ، الزيوت ، المذيبات، ...): تؤخذ العينة في عبوة من الزجاج المقوي (مثل البيريكس Pyrex) تم وضعها في فرن حرق عند درجة 450 درجة مئوية قبل عملية أخذ العينة بـ 24 ساعة.
- تقدير المكونات الغير عضوية: تؤخذ العينة في عبوة من البوليمر مثل PTFE polytetrafluoroethylene.

يجب ترشيح العينة أثناء أو مباشرة بعد أخذها و هذا لمنع امتصاص العناصر المذابة من طرف المواد المعلقة (أقل من 45 ميكرون). كما يجب حفظ العينة في حالة عدم تحليلها كما يلي:

- يُحتفظ بالعينة عند درجة 4 درجة مئوية لمنع التبخر أو التحلل البيولوجي (biodegradation). للمكونات المراد تحليلها.
- في حالة تحليل الكاتيونات ، يضاف حمض النيتريك النقي مباشرة بعد عملية الترشيح حتى يصبح الأس الهيدروجيني يساوي (pH = 2) و ذلك لمنع ترسب الكاتيونات على جدران العبوة.

٤. الهدف من إجراء تحاليل مزدوجة هو قياس دقة التحليل.

٥. العوامل التي تؤثر على اختيار طريقة القياس هي: سرعة طريقة التحليل ، الدقة و المصداقية ، الوقت المتوفر للتحليل ، عدد العينات.

٦. يتكون الماء الملكي من خليط من حمض الهيدروكلوريك و حمض النيتريك بنسبة ١:٣ على التوالي.